

⑤ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

② 公開特許公報(A)

昭62-273279

| ⑤ Int. Cl. ⁴ | 識別記号 | 庁内整理番号 | ④ 公開 昭和62年(1987)11月27日 |
|-------------------------|------|-----------|------------------------|
| C 09 K 3/10 | | Q-2115-4H | |
| C 08 K 3/00 | CAH | 6845-4J | |
| | CAH | 6845-4J | |
| C 08 L 23/20 | KDZ | 6609-4J | |
| | KEF | 6609-4J | |
| C 09 K 3/10 | | J-2115-4H | |
| H 01 B 3/44 | | Z-8222-5E | |
| H 02 G 15/013 | | 7354-5E | |
| //(C 08 K 3/00 | | | |
| | | 6845-4J | |
| | | 6845-4J | |

審査請求 未請求 発明の数 2 (全4頁)

④ 発明の名称 シーラント

④ 特 願 昭62-109078

④ 出 願 昭62(1987)5月6日

優先権主張 ④ 1986年5月6日 ④ 西ドイツ(DE) ④ P361524L2

④ 発 明 者 マーチン・ジー・ロフ ドイツ連邦共和国6900ヘイデルベルグ、シエフルストラッ
 コル セ9

④ 出 願 人 テロソン ゲーエムベ ドイツ連邦共和国デー6900ヘイデルベルグ1、ハンスー
 ーハー ンテーストラッセ4

④ 代 理 人 弁護士 ウォーレン・ジー・シミオール

明 細 書

1. 発明の名称

シーラント

2. 特許請求の範囲

1. 30～55重量%のカオリンを含むことを特徴とするブテルゴム、ポリイソブチレンおよび任意のカーボンブラックをベースにしたシーラント。

2. 40～50重量%のカオリンを含むことを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載のシーラント。

3. 10～25重量%のブテルゴム、20～50重量%のポリイソブチレンおよび0～10重量%のカーボンブラックを含むことを特徴とする特許請求の範囲第1項または第2項に記載のシーラント。

4. 前記ブテルゴム成分が、1～2.5の不飽和度を有するブテルゴムと架かけブテルゴムとの重量比が4:1～10:1の混合物であることを特徴とする特許請求の範囲第1項～第

3項の1つに記載のシーラント。

5. 前記ポリイソブチレン成分が、約10,000の分子量を有するポリイソブチレンと約50000の分子量を有するポリイソブチレンとの重量比が10:1～1:10の混合物であることを特徴とする特許請求の範囲第1項～第4項の1つに記載のシーラント。

6. さらに、発熱性のケイ酸を10重量%まで含むことを特徴とする特許請求の範囲第1項～第5項の1つに記載のシーラント。

7. さらに、低密度のポリエチレンを10重量%まで含むことを特徴とする特許請求の範囲第1項～第6項に記載のシーラント。

8. 30～55重量%のカオリンを含み、ブテルゴム、ポリイソブチレンおよび任意のカーボンブラックをベースにしたケーブル・スリーブ、特に通信ケーブル用シーラント。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、ブテルゴム、ポリイソブチレンおよび

び任意のカーボンブラックを主成分とし、極めて高い電気抵抗率と優れた長期の強度またはクリープ抵抗を有して、接続箱やケーブルスリーブ用に極めて適した新規のシーラントに関する。

従来の技術

特に地下布設の場合に、通信ケーブル・スリーブは水分の侵入に対してしつかりとシールしなければならず、電気的に十分絶縁して漏れ電流およびクリープ電流を防ぐ必要があり、かつ温度変化（夏／冬）による気圧変動に無関係にしなければならぬ。クリープ電流に起因する腐食に対して抵抗性のある金属または合金の負電荷は、金属が耐化学薬品性が低下し、従つて容易に腐食することを意味する。長期の腐食損傷を回避するために、前記特許を有するケーブル・スリーブが得られるようなシートラントが必要である。

これまでケーブル・スリーブ用に使用されてきた市販のシーラントは、例えばポリイソブチレン、ブチルゴムおよびカーボンブラック（例えば、高研磨性ランプブラック）からなる。かかる製品で

をベースにしたシーラントにより解決される。

ケーブルスリーブ用にこれまで知られているブチルゴム、ポリイソブチレンおよびカーボンブラックを主成分としたシーラントの組成を多量のカオリンを添加することにより変えたところ、導電率が約1:200,000までの比で予想外に著しく減少するのみならず、同時にクリープ抵抗がこれまでの2〜5時間から約80〜90時間と改善されることがわかった。本発明によるシーラントのカオリン含有の結果、ケーブル・スリーブ・シーラントの2つの本質的特性、すなわち低導電率または高電気抵抗率、および良好なクリープ抵抗が同時に顕著に改善される。

本発明のシーラントの主成分、すなわちカオリンは30〜55重量％、望ましくは40〜50重量％の量で存在し、粉の形で使用される。適当な市販製品は、例えば32〜34％が2μm以下の粒径と、17％以上が10μm以上の粒径と、約3％が20μm以上の粒径を有するような粒度分布を有する。ブチルゴム成分は10〜25重量％

は、ポリイソブチレンが一般に主成分（約40％）であつて、ブチルゴム（約25重量％）およびカーボンブラック（約35重量％）が多少少なく存在する。このシーラントは工業的仕様に適切に低導電率とクリープ抵抗を有する。しかしながら、ケーブル・スリーブのシーリング部品の長期の腐食損傷を防ぐためには、さらに低い導電率のシーラント、すなわちシーラント全体のより優れた電気絶縁性および優れたクリープ抵抗を有することが望ましいことがわかつた。

発明が解決しようとする問題点

従つて、発明が解決しようとする問題点は、ケーブル・スリーブにこれまで使用されてきた製品と比較して、低導電率および／または高電気抵抗率を有し、同時にクリープ抵抗が従来のものよりも良いところのシーラントを提案することである。

問題点を解決するための手段

本発明により、この問題点は30〜55重量％のカオリンを含むことを特徴とするブチルゴム、ポリイソブチレンおよび任意のカーボンブラック

の量で存在することが望ましく、シーラントの製造に市販されているような通常のブチルゴムからなる。しかしながら、均一なブチルゴム成分を使用しないことが望ましく、不飽和のブチルゴムと架橋ブチルゴムの混合物からなることが望ましい。不飽和ブチルゴムの不飽和度は1〜2.5％、特に1.5〜2％が望ましい。不飽和ブチル：架橋ブチルゴムの重量比は4:1〜10:1の範囲内にあることが望ましい。

カオリンの外に、ポリイソブチレン成分は、通常は量的に最大の成分を構成する、そして本発明によるシーラントにおいて20〜50重量％の量で存在することが望ましい。ブチルゴムに關して、ポリイソブチレン成分は分子量の異なる種々のポリイソブチレンの混合体からなることが望ましい。約100,000の分子量を有するポリイソブチレンと、約500,000の分子量を有するポリイソブチレンとの重量比が10:1〜1:10、特に5:1〜1:5の混合体が望ましい。望ましいブチルゴム混合体と、望ましいポリイソブチレン混合体

との量的釣り合いは調整される混合物の加工特性に大きく依存する、すなわち成分は製造温度で全体が適当に流体の生成物が得られるように選択しなければならない。

最も重要な特性について本発明のシーラントはカーボンブラックを含む必要はないけれども、あるカーボンブラックの割合が極めて良好な遮光材料を構成するので、それは工業的、すなわち耐光性の理由でしばしば必要である。本発明により、塗料または色付きのカーボンブラックの使用が望ましい。カーボンブラックを選択するときは、それが最小の導電率または高電気抵抗率を有すること、従つて低導電率または高電気抵抗に關する本発明によるシーラントの利点の低下または損失がないことが保証されなければならない。

好適な実施態様による本発明のシーラントは、カオリンの外に発熱性のケイ酸を10重量%まで、望ましくは3~10重量%含む。

さらに、好適な実施態様による本発明のシーラントは、少量の低密度ポリエチレン(LDPE)

均一に分配される成分と一緒に段階的に添加する。この方法は、前記添加成分を軟化塊内に均一に分配するために軟化塊がミキサー内で適度の高粘度をもつことを保証するのに役立つ。粘度が低過ぎると、場合によつて塊状のために、例えばカオリンの均一分布を得ることができない。均一な混合物が得られるまで十分な混合を続ける。このために使用する装置はかかる混合物の調整に通常使用されているもの、例えばニーダ、等である。

前述のように、通信ケーブルスリーブ用シーラントには、それらが温度変化による気圧変動に抵抗能力があることが絶体に必要である。さらに、それらは変動する環境条件下で良好な水分シールを形成しなければならない。従つて、またそれらはケーブルスリーブ内の圧力変化の場合にその密封機能を果たさなければならない。圧力変化に対する抵抗は、試験せんとするシーラントで密封した温度の圧力のカプセルまたは容器が3.9気圧(4バール)の正気圧を受けて60℃で貯蔵されるように測定される。クリープ抵抗は正圧または過圧が

を10重量%まで、望ましくは1~5重量%含む。カオリンとポリエチレンの組合せが本発明によるシーラントのクリープ抵抗をさらに改善する。

本発明によるシーラントはさらに従来の添加物を少量含むうるが、それらは発明により解決すべき問題点に關して重要でないけれども、シーラントの意図する用途の役割として必要である。

作 用

本発明によるシーラントの製造においてはなんの問題点もなく、これは対応する従来の製品と同様である。

一般に、ブチルゴムおよびポリイソブチレン成分は適当な高温(例えば100~200℃)に加熱して、軟化状態においてかくはんしながらさらに他の成分を不規則または同時に混合する。前記成分の軟化した塊に分配されるカオリン、カーボンブラックおよび発熱性ケイ酸のような成分は、イソブチレン成分の比率で一様に添加する、すなわち後者はブチルゴム成分と一緒に出発品としてそつくりそのまま使用しなくて、軟化された塊に

過圧カプセルに維持される時間と理解される。3.9気圧から大気圧への通過は一般に極めて迅速(数秒~約3分)に行われるので、どこかで最初の漏れが生じるや否やシーラントはもはや高圧下の全ての点でその機能を果たすことができない。

クリープ抵抗の測定は、ひもヤストランドのような形状のシーラント試験試料を過圧カプセルの上下にカットされているみぞに挿入してカプセルをシールするようにして行う。過圧カプセルの弁によつて、圧縮空気をを用いて3.9気圧の圧力を加え、完全測定用セルを60℃に加熱したドライヤーに配置する。測定セルの圧力降下を定期的に測定する。

シーラントの電気抵抗率を測定する方法は、ニーダで試験せんとする材料を調整した後、それをひも(ストリング)またはストリップとして押し出し、さらに正確な寸法の試験試料に加工する。これは、押し出した丸いストリングを所定の長さのカットするか、或いは明確に測定された直径および厚さの小円形板を打ち抜くことによつて行う。

試験体の横断面を通して最適な均一電流が得られるようにするために、測定装置への供給リードとの完全面接触を確実にすべく円筒形ストリングまたは板の端面を導電性にすることが不可欠である。この試験体端面の接触はいわゆる導電性の銀を使用することによつて行われる。かく接触された試験体は大地に対して絶縁されたアルミニウム基板上に配置して、軽い圧力下でアルミニウム板などで覆う。アルミニウム板間には接触（短絡の危険）がないことは明らかである。試験体は高電気抵抗の材料であるから、測定は交流（800 Hz）で行う。

実施例

工業的なニーダ内で冷却することなく、次の組成の本発明によるシーラントを調製した：

| | |
|---------------------|-------|
| 不飽和ブチルゴム | 14重量% |
| 架橋ブチルゴム | 2 " |
| ポリイソブチレン(分子量約10000) | 23 " |
| ポリイソブチレン(分子量約50000) | 8 " |
| 塗料用カーボンブラック | 3 " |
| カオリン | 44 " |
| 発熱性ケイ酸 | 6 " |

使用した不飽和ブチルゴムは1.6%の不飽和度

た。続いて、さらに15分間加熱し、150℃に加熱して、この温度で30分間加熱した。

かく得られたシーラントは前記の方法で直径4.3mm、厚さ0.09mmの円板状試験体の製造に使用して、その電気抵抗を試験した。次に、試験体寸法を考慮して、電気抵抗率を計算した。同じ方法で、ブチルゴム、ポリイソブチレンおよびカーボンブラックからなる市販のケーブル・スリーブ・シーラントを使用して、直径2.5mmおよび厚さ0.2mmの円板状試験体を作つて再びその電気抵抗を試験した。市販シーラントの電気抵抗率は $5.1 \times 10^3 \Omega \times \text{cm}$ であつたが、本発明のシーラントは $1.086 \times 10^3 \Omega \times \text{cm}$ の電気抵抗率、すなわち212.941倍高い抵抗率を示した。これらの値は、それぞれの場合に3つの試料について試験し、得られた結果の平均値である。

前記タイプの初期のクリープ抵抗試験から、ブチルゴム、ポリイソブチレンおよびカーボンブラックを主成分とした市販のケーブルスリーブ・シーラントはクリープ抵抗値2～3時間を有するこ

を有した。使用した塗料用またはカラー・カーボンブラックは極めて高い電気抵抗を有した。

不飽和および架橋ブチルゴム、並びに約50000の分子量を有するポリイソブチレンは、ニーダに約10000の分子量を有するポリイソブチレン全量の1/11と一緒に入れ、3分間予備加熱をして、15分間加熱した。次に、約10000の分子量を有するポリイソブチレン全量の2/11と塗料用カーボンブラックを添加して、さらに25分間加熱した。次に、カオリンの半分と約10000の分子量を有するポリイソブチレン全量の4/11とを一緒に添加して、20分間加熱した。続いて、カオリンの残りの半分と分子量約10000を有するポリイソブチレン全量の2/11とを一緒に添加した。温度を100℃に上げて混練をさらに20分間行つた。次に、約10000の分子量を有するポリイソブチレン全量の1/11と共に発熱性ケイ酸の半量を添加して、15分間加熱した。次に、約10000の分子量を有するポリイソブチレン全量のさらに1/11と共に残りのケイ酸を添加し

とがわかつた。また、これを比較のために電気抵抗率を測定したときに使用したシーラントに適用した。前記の方法で作製した本発明のシーラントで5つの試料のクリープ抵抗試験を行つたところ、90、91、92、93および89時間のクリープ抵抗が得られた。5時間のクリープ抵抗が適度に高い電気抵抗率の場合に得られうる最大と考えるをらば、本発明によつて提供される改善の度合は明白である。